

Décoloration de la phénolphtaléine

Spectrophotométrie

Saponification de l'acétate d'éthyle

Conductimétrie, Bain thermostaté

La blouse et les lunettes de protection seront portées pendant toute la durée de la séance.

1. Décoloration de la phénolphtaléine

1.1. Présentation de la phénolphtaléine *(Source : Wikipedia)*

La phénolphtaléine fut découverte et synthétisée en 1871 par Adolf von Baeyer, par condensation d'une molécule d'anhydride phtalique sur deux molécules de phénol. Elle tire son nom des deux réactifs.

Utilisée comme indicateur coloré de pH, la phénolphtaléine change de couleur par suite d'une modification de sa structure chimique lors du passage de la forme protonée H_2In (milieu acide) à celle de sa forme déprotonée In^{2-} (milieu basique). Sa zone de virage se situe aux alentours de 8.

En milieu très basique, les ions HO^- sont fortement concentrés et s'additionnent sur In^{2-} pour donner une troisième forme, $In(OH)^{3-}$, également incolore. C'est la cinétique de cette réaction qui est étudiée dans cette activité expérimentale. Une conséquence visible de cette addition est la disparition de la coloration rose de la solution due à In^{2-}.

Les différentes formes de la phénolphtaléine en solution aqueuse :

Espèce	H_3In^+	H_2In	In^{2-}	$In(OH)^{3-}$
Structure				
Structure 3D				
pH	< 0	0–8,2	8,2–12,0	> 12,0
Couleur	orange	incolore	rose fuschia	incolore
Image				

1.2. *Principe de l'activité*

A pH > 12, la phénolphtaléine se décolore lentement, selon un processus renversable :

Qui pourra être noté :

$$\text{C (coloré)} + HO^{-} \underset{k_{-1}}{\overset{k_1}{\rightleftharpoons}} \text{D (incolore)}$$

Pourquoi la spectrophotométrie d'absorption est-elle adaptée à cette étude cinétique ?

L'absorbance A de la solution (à une longueur λ à déterminer) sera relevée au cours du temps, sachant que la forme D n'absorbe pas dans le visible.

L'absorbance A_∞ de la solution au bout d'un temps de réaction infini sera mesurée à l'aide d'une solution préparée la veille et laissée à la température de la pièce.

Conditions expérimentales :

- Les ions hydroxyde HO^- sont introduits en grand excès par rapport à la phénolphtaléine.
- La réaction directe et la réaction inverse sont d'ordre apparent un par rapport à leur réactif respectif.

1.3. *Expérience*

- Mesurer la température à laquelle est faite l'expérience.
- Choisir la longueur d'onde de travail.

Comment choisir la longueur d'onde de travail ?

- Faire le zéro.

Avec quelle solution faire le zéro ?

- Mesurer l'absorbance A_∞ de la solution au temps t infini à l'aide de la solution préparée la veille.

Attention :

1. **Les cuves contenant les solutions ne devront en aucun cas être posées sur le spectrophotomètre.**
2. **Entre les mesures, ne pas laisser la cuve à l'intérieur du spectrophotomètre : la température de la solution augmenterait ce qui modifierait la valeur de la constante de vitesse.**

- Remplir aux ¾ une fiole jaugée de 50,0 mL avec la solution d'hydroxyde de sodium de concentration molaire 0,0500 $mol.L^{-1}$.
- Introduire 1,00 mL de solution de phénolphtaléine à 0,05 % dans l'éthanol (0,050 g de phénolphtaléine dissous dans 100 mL d'éthanol à 50°) et déclencher simultanément le chronomètre.
- Compléter alors rapidement la fiole jaugée avec la solution de soude et homogénéiser efficacement la solution.
- Mesurer l'absorbance de la solution obtenue toutes les minutes pendant une demi-heure en introduisant la cuve dans le spectrophotomètre environ 10 s avant la date de la mesure.

1.4. Exploitation

- ✓ Justifier que, dans le sens direct, on peut écrire $v_1 = k_1[C]$.
- ✓ Etablir l'équation différentielle régissant l'évolution temporelle de l'avancement volumique x de la réaction.
- ✓ Après intégration, montrer que :
  - o $x = x_\infty(1 - e^{-kt})$ *(avec k une constante à exprimer)*
  - o Puis $\ln\frac{A - A_\infty}{A_0 - A_\infty} = \ln\frac{x_\infty - x}{x_\infty} = -kt$
- ✓ Comparer ce modèle mathématique aux résultats expérimentaux :
  - o Les hypothèses de travail sont-elles validées ?
  - o Valeur de la constante de vitesse k à la température de l'expérience ?

Donnée :
$M_{(\text{phénolphtaléine})} = 318{,}3\ g.mol^{-1}$

2. Saponification de l'acétate d'éthyle

2.1. Principe

Le but de cette activité est de déterminer l'ordre de la réaction, la constante de vitesse et l'énergie d'activation de la réaction d'équation :

$$H_3C-C(=\overline{O}|)-|\underline{O}CH_2CH_3 \quad + \quad H\underline{O}|^{\ominus} \longrightarrow H_3C-C(=\overline{O}|)-O^{\ominus} \quad + \quad CH_3CH_2OH$$

- L'avancement de la réaction sera suivi par **conductimétrie**.

Pourquoi la conductimétrie est-elle adaptée à cette étude cinétique ?

- La **température sera maintenue constante** tout au long de l'expérience à l'aide d'un bain thermostaté.

Pourquoi faut-il maintenir la température constante tout au long de l'étude ?

- La réaction sera opérée à **deux températures différentes** : un premier binôme travaillera vers 20 °C, et un second vers 30 °C. A l'issue des manipulations, les deux binômes partageront les résultats de leurs mesures.

Pourquoi faire l'étude à deux températures différentes ?

2.2. Expérience

- Placer dans le bain thermostaté, deux erlenmeyers de 250 mL :
  - o Un erlenmeyer contenant la solution de chlorure de potassium $1{,}00.10^{-1}\ mol.L^{-1}$ nécessaire au réglage de la constante de cellule du conductimètre
  - o Un erlenmeyer de 250 mL contenant 50,00 mL de solution d'hydroxyde de sodium à $C_m = 2C_0 = 1{,}00.10^{-1}\ mol.L^{-1}$.

- Placer dans le bécher thermostaté :
  - o Un barreau aimanté
  - o 50,00 mL de solution d'éthanoate d'éthyle à $C_m = 2C_0 = 1{,}00.10^{-1}\ mol\ L^{-1}$.

- En attendant que l'équilibre thermique s'établisse, installer la cellule de conductimétrie. Le conductimètre est déjà relié à l'ordinateur, mais il vous faut suivre les instructions du paragraphe **3.3. Fonctionnement manuel** du mode d'emploi du conductimètre pour supprimer la compensation de température : ceci permettra de relever les valeurs à la température de l'expérience.

- Lorsque l'équilibre thermique est atteint, relever la température θ de la solution de chlorure de potassium. Régler la constante de cellule K_{cell}.

- Après rinçage, placer la cellule de conductimétrie dans le bécher thermostaté contenant la solution d'ester. Mettre en route l'agitation magnétique.

- Procéder alors aux opérations décrites dans l'annexe « Acquisition de la conductivité à l'aide du logiciel Graphe 2D ».

- **La durée d'acquisition sera de 20 min.**

- A la fin de l'acquisition le logiciel **Graphe 2D** est fermé après avoir enregistré votre fichier.

2.3. Exploitation

- ✓ Montrer que $[HO^-] = C_0 \frac{\sigma - \sigma_0}{\sigma_0 - \sigma_\infty}$
- ✓ Comment mesurer σ_∞ ? Fabriquer la solution correspondante et mesurer σ_∞ pour votre température.
- ✓ Dans quelle condition classique de cinétique sur le mélange initial s'est-on placé ? Dégénérescence de l'ordre ? Proportions stœchiométriques ?
- ✓ Déterminer l'ordre global et l'énergie d'activation en supposant la loi d'Arrhenius applicable à cette réaction.

3. A la fin de la séance

- Evacuation des produits : Les solutions contenant de l'argent ou un complexe du fer seront évacuées dans le bidon idoine.

- La paillasse est lavée et remise en ordre.

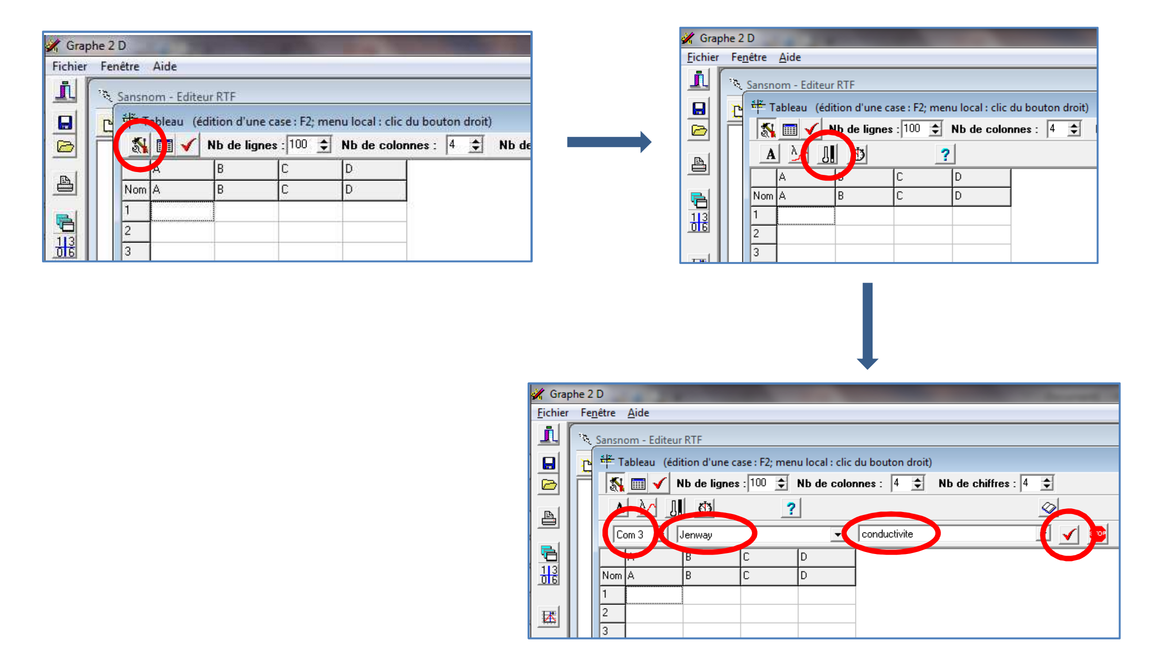
- Se laver les mains.

ACQUISITION DE LA CONDUCTIVITE PAR LE LOGICIEL GRAPHE 2D

CONNEXION DU CONDUCTIMÈTRE À L'ORDINATEUR

Allumer l'ordinateur et ouvrir le logiciel **Graphe 2D** : la fenêtre Tableau est active.
Dans la barre de menu, cliquer sur l'icône représentant des **outils**.

1. Cliquer sur l'icône représentant des **thermomètres** ;
2. Choisir alors COM3, l'appareil utilisé est le conductimètre de marque Jenway.
3. Valider en cliquant sur « √ ».



ACQUISITION :

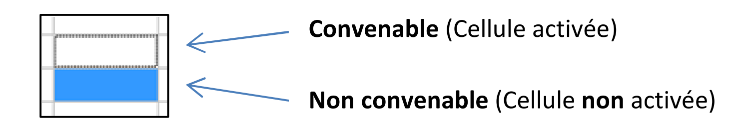
<u>REGLAGE DU PAS DE MESURE.</u>

1. Cliquer sur « **GO »** (si une valeur s'affiche dans la colonne **A** l'effacer) ;
2. Sélectionner l'intervalle de mesure **Δt = 30 s** avec l'ascenseur horizontal situé à droite du bouton **mesure**.

<u>TEST DE LA CONNEXION ORDINATEUR-APPAREIL.</u>

Afin de vérifier que l'acquisition automatique est correctement programmée pour suivre l'étude cinétique, effectuer un essai à l'aide de la solution d'ester.

1. Avant de lancer une mesure, **activer** la case dans laquelle le logiciel va afficher la première valeur (en général, la première ligne de la colonne A).



2. Avec le bouton **mesure** , lancer l'enregistrement des données : le logiciel interroge l'appareil tous les **Δt** et affiche dans le tableau, la valeur lue sur le conductimètre.
3. **Résultat du test :**
   a. **Une valeur numérique apparaît dans le tableau :** tout est OK. Passer à l'étape suivante.
   b. **Un message d'erreur apparaît :**
      i. Appuyer sur Arrêter,
      ii. Réactiver la première cellule
      iii. Relancer la mesure.
4. Le bouton **arrêter** sert à arrêter l'acquisition. Ne pas confondre avec STOP qui met fin à la liaison entre l'ordinateur et le conductimètre.
5. Après le test, supprimer le contenu des cellules, et s'assurer que la première cellule est de nouveau active.

ACQUISITION CINETIQUE

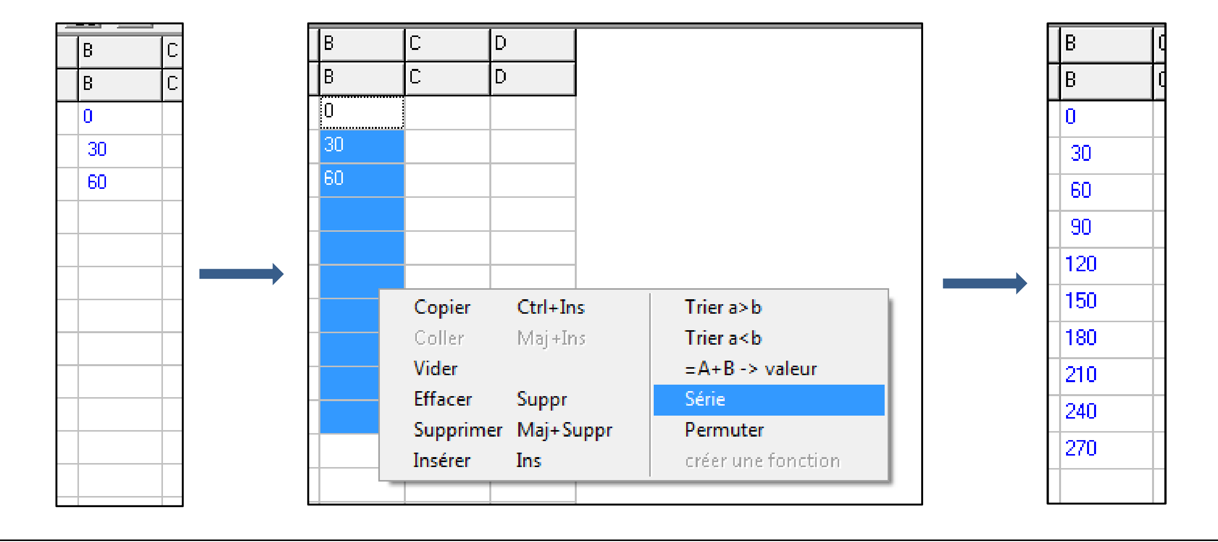
Le moment où les deux réactifs sont mélangés constitue le moment t = 0 de l'acquisition.

- *Une solution contenant le premier réactif est déjà dans le bécher thermostaté (ici la solution d'ester).*
- *Une solution contenant le second réactif est dans un erlenmeyer immergé dans le bain thermostaté (ici la solution de soude).*
- *Les deux solutions sont donc à la même température.*

Introduire la solution de soude dans la solution d'ester et déclenchant l'acquisition en cliquant sur **mesure.**

TRAITEMENT DES DONNEES

1. Lorsque l'acquisition est achevée, enregistrer les données : nommer votre fichier en y indiquant votre (vos) nom(s) sur l'espace Partage du réseau.
2. Nommer la colonne A : sigma.
3. Pour afficher l'instant **t** en regard de chaque valeur de conductivité :
   a. Nommer « ***t*** » **avec son unité** la colonne **B** ;
   b. Rentrer les trois premières valeurs numériques de **t** : **0**, **30** et **60**.
   c. Sélectionner les cellules à remplir avec les valeurs de t (20 minutes à 2 mesures par minute = 61 cellules car il faut compter t = 0) y compris les trois premières valeurs introduites ;
   d. Cliquer sur le bouton droit de la souris et sélectionner « **Série »** : la colonne **B** « temps » se remplit.



Grille d'évaluation - TP Chimie NOM :

	Compétences	Elève	Professeur : A (très bien) à D (non acquis) + Commentaires / Remarques
S'approprier	• Rechercher, extraire, organiser l'information en lien avec la situation • Enoncer une problématique • Définir les objectifs		
Analyser	• Formuler une hypothèse • Proposer une stratégie pour répondre à une problématique • Proposer une modélisation • Choisir, concevoir ou justifier un protocole/dispositif expérimental • Evaluer l'ordre de grandeur d'un phénomène et ses variations		
Réaliser	• Evoluer avec aisance dans l'environnement du laboratoire • Suivre un protocole • Respecter les règles de sécurité • Utiliser le matériel ou l'outil informatique de manière adaptée • Organiser son poste de travail • Effectuer des mesures avec précision • Reporter un point sur une courbe ou dans un tableau • Effectuer un calcul simple		
Valider	• Exploiter et interpréter des observations ou des mesures • Utiliser les symboles et unités adéquats • Vérifier un résultat obtenu • Valider ou infirmer une information, hypothèse, propriété ou loi • Analyser des résultats de façon critique • Proposer des améliorations de la démarche ou du modèle • Utiliser du vocabulaire de la métrologie		
Communiquer	• Utiliser les notions et le vocabulaire scientifique adapté • Présenter, formuler une proposition, une argumentation ou une conclusion de manière cohérente, complète et compréhensible		
Être autonome, Faire preuve d'initiatives	• Travailler seul, prendre des initiatives • Analyser ses difficultés et demander une aide pertinente • Travailler vite		